

⑨ 日本国特許庁 (JP)
⑩ 公開特許公報 (A)

⑪ 特許出願公開
昭59—69443

⑫ Int. Cl.³
C 03 C 3/04
3/30
C 04 B 31/02
// C 03 C 1/02

識別記号

厅内整理番号
6674—4G
6674—4G
6977—4G
6674—4G

⑬ 公開 昭和59年(1984)4月19日
発明の数 1
審査請求 有

(全3頁)

⑭ Y₂O₃を含有するアルミノケイ酸塩ガラスの
製造法

⑮ 特 願 昭57—180498
⑯ 出 願 昭57(1982)10月14日
⑰ 発明者 牧島亮男

茨城県新治郡桜村並木4丁目90

2—206

⑱ 発明者 永田達也

常滑市多屋町3丁目7番

⑲ 発明者 下平高次郎

竜ヶ崎市小通幸谷町441—3

⑳ 出願人 科学技術庁無機材質研究所長

明細書

1.発明の名称

Y₂O₃を含有するアルミノケイ酸塩ガラスの製
造法

2.特許請求の範囲

- SiO₂ 30～60モル%、Al₂O₃ 20～35モル%に、Y₂O₃を主とする希土類酸化物の合計10～30モル%を含有させたアルミノケイ酸塩ガラスの製造に際し、Y₂O₃を主とする希土類酸化物としてイットリウムコンセントレートを使用することを特徴とするY₂O₃を含有するアルミノケイ酸塩ガラスの製造法。
- 前記組成のほかTiO₂ 18モル%を超えないが、ZrO₂を8モル%を超えない量を添加したものである特許請求の範囲第1項記載の製造法。

3.発明の詳細な説明

本発明は希土類酸化物、特にイットリウム酸化物を含有するアルミノケイ酸塩ガラスの製造法に関する。

シリカとアルミナからなるアルミノケイ酸塩ガラスは、耐熱性が高く、機械的性質も良好であり、また耐食性、耐風化性の優れたガラスである。しかし、この系のガラスを得るために非常に高温を必要とする。

一般の炭化けい素発熱体を使用する燃焼炉では、1550℃程度の温度までが限度であるために、この系のガラスは一般的電気炉による溶融法では製造することができなかつた。

一般にアルカリ酸化物、アルカリ土類酸化物を含有させると、溶融温度が低下し、1550℃程度の温度で、一般的炭化けい素を発熱体として使用した電気炉を使用してガラスを製造することが可能となる。しかし、アルカリ酸化物、アルカリ土類酸化物を含有させると、耐熱性、機械的性質、耐化学性、耐食塩及び耐風化性の諸性質を低下させる問題点がある。

本発明者らはさきに、Y₂O₃を含有させると、1550℃程度の一般的電気炉を使用してガラスを製造し得られると共に、得られるガラスは機械的

に使われたものであることを明らかにした。しかし、分離 Y_2O_3 は高価であるため、それだけコスト高となる。

本発明者らは Y_2O_3 を製造する中間精製物であるイットリウムコンセントレートを利用すべく研究したところ、 Y_2O_3 の原鉱石、例えばゼノタイムより精製して得られるイットリウムコンセントレートは、数10%の Y_2O_3 と、残りは Dy_2O_3 、 Nd_2O_3 、 CeO_2 、 Ho_2O_3 、 Yb_2O_3 、 Sm_2O_3 、 La_2O_3 、 Gd_2O_3 、 Er_2O_3 等の希土類酸化物よりなっているが、これを Y_2O_3 に代え添加使用してアルミノけい酸塩ガラスを製造したところ、(1) Y_2O_3 のほかの他の含有不純物はアルミノけい酸塩ガラスの特性、特に耐アルカリ性などに悪影響がない。(2)これを使用すると分離 Y_2O_3 を使用した場合よりもガラスの溶融点を約50°C低下し得られ、しかもその価格も $\frac{1}{5}$ であるため、安価となることが分つた。この知見に基いて本発明を完成した。

本発明におけるアルミノけい酸塩ガラスの SiO_2 、 Al_2O_3 は、 SiO_2 30~60モル%， Al_2O_3 20~

イムを除々に400°Cの溶融した苛性ソーダに加える。反応は免熱反応で反応終了後冷却して反応物を水で抽出してリン酸ソーダ、過剰のアルカリは除去される。得られた希土類水酸化物を少量の崩壊液に溶解し、この溶液にしゅう酸を加えて希土しゅう酸塩とし、これを900°Cで焼成するイットリウムコンセントレートが得られる。その分析例を示すと次の通りである。

イットリウムコンセントレートの分析例 (%)

希土ベース		希土ベース	
Y_2O_3	62.9%	Sm_2O_3	1.4
CeO_2	3.14	Nd_2O_3	4.3
La_2O_3	2.23	Pr_2O_3	0.88
Eu_2O_3	0.02	ThO_2	<0.2
Gd_2O_3	2.7	希 土	98.0%
Dy_2O_3	11.3	IgLoss	0.2
Er_2O_3	1.43	CaO	<0.2
Ho_2O_3	3.8	SO_3	<0.5
Yb_2O_3	5.0	P_2O_5	<0.1

35モル%， Y_2O_3 を主とする希土類酸化物の合計10~30モル%の組成割合であることが必要である。

SiO_2 が30モル%より少ないと溶融温度が高くなり、1550°Cではガラスが溶融しない。また60モル%を超えると、希土類含有アルミノけい酸塩ガラスの特性が発揮できなくなる。

Al_2O_3 が20モル%より少ないとガラス化せず、35モル%を超えると溶融温度が高くなり、1550°Cではガラスが得られない。

Y_2O_3 コンセントレートを原料とした Y_2O_3 を主とする希土類酸化物の合計が10モル%より少ないと希土類酸化物含有ガラスとしての特性が発揮できず、また1550°Cの温度ではガラスが溶融できない。30モル%を超えると結晶化してしまいガラスが得られない。

本発明において言う Y_2O_3 コンセントレートとは、 Y_2O_3 の原鉱石、例えばゼノタイムを硫酸分解法またはアルカリ分解法によつて得られる中間精製物である。アルカリ分解法で示すと、ゼノタ

イムを除々に400°Cの溶融した苛性ソーダに加える。反応は免熱反応で反応終了後冷却して反応物を水で抽出してリン酸ソーダ、過剰のアルカリは除去される。得られた希土類水酸化物を少量の崩壊液に溶解し、この溶液にしゅう酸を加えて希土しゅう酸塩とし、これを900°Cで焼成するイットリウムコンセントレートが得られる。その分析例を示すと次の通りである。

前記ガラス組成のほか、必要に応じ TlO_2 、 ZrO_2 をそれぞれ18モル%，8モル%を超えない量添加してもよい。 TlO_2 の添加は耐化学性、耐食性、耐風化性を高める作用をするが、18モル%を超えると結晶化してしまいガラスが得られない。 ZrO_2 の添加は耐化学性、耐食性、耐風化性、機械的性質、耐熱性を高める作用をするが、8モル%を超えると結晶化してしまいガラスが得られない。

本発明の方法によると、 Y_2O_3 を含有するアルミノけい酸塩が安価で、且つ溶融温度も低く、一般の電気炉で溶解し得られ、また得られるガラスはアルミノけい酸塩ガラスの特性をそのまま保有する優れた効果を有する。また、得られたガラスは高弾性率で、耐アルカリ性が高いのでセメントと複合して使用し得られる。

実施例1.

精製された光学用酸洗い珪砂50モル%、 Al_2O_3

2.5モル%、イットリウムコンセントレート中の希土類酸化物の合計2.5モル%の割合で調合したものを白金ルツボに入れ、電気炉中で約1550℃で3時間溶融した後、アルミニウム板上に流し出し放冷した。明るい薄褐色の泡のないガラスが得られた。

2N-NaOH水溶液中、粉末法(JIS #24~#35メッシュ)による95℃,10日間の重量減少は6.5重量%であつた。

またビックカース硬度は830Kgf/mm²であつた。

実施例2.

精製された光学用酸洗い珪砂3.5モル%、Al₂O₃ 2.5モル%、イットリウムコンセントレート中の希土類酸化物合計2.5モル%、TiO₂ 1.0モル%、ZrO₂ 5モル%の割合で調合したものを、実施例1と同様にしてガラスを製造した。得られたガラスは明るい薄褐色の泡のないガラスであつた。

2N-NaOH水溶液中で粉末法による95℃,10日間の重量減少は1.0重量%であつた。

実施例3.

精製された光学用酸洗い珪砂4.5モル%、Al₂O₃ 4.5モル%、イットリウムコンセントレート中の希土類酸化物の合計2.5モル%、ZrO₂ 5モル%の割合で調合したものを、実施例1と同様にしてガラスを製造した。得られたガラスは明るい薄褐色の泡のないガラスであつた。

2N NaOH水溶液中、粉末法による95℃,10日間の重量減少は5.0重量%であつた。

特許出願人 科学技術庁無機材質研究所長

田 中 康 吉